

7/7/2  
DIALOG(R)File 350:Derwent WPIX  
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

001589212

WPI Acc No: 1976-23610X/\*\*\*197613\*\*\*

Polyolefine pptn. from soln. by flash cooling - using soln. temp. and  
container pressure to control polyolefin concn.

Patent Assignee: MITSUBISHI HEAVY IND CO LTD (MITO )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 51018781	A	19760214				197613 B

Priority Applications (No Type Date): JP 7489476 A 19740806

Abstract (Basic): JP 51018781 A

The temp. of the soln. and the reduced pressure inside the  
container controls the polyolefine concn. in the soln. (immediately  
after the evapn. of the solvent) at the moment when the liq. is  
transported to the flash cooling container for sepg. polyolefine from  
the soln. of polyolefine-contg. macromolecule material with hydrocarbon  
solvent, by cooling pptn. by the aid of solvent latent heat. Pref. the  
hydrocarbon solvent is O-, m- and p-xylene. Slightly adhesive  
polyolefine ppte is obtd. which can readily be sped. from the solvent.

Derwent Class: A17

International Patent Class (Additional): B01D-003/06; C08F-006/12;  
C08F-010/00; C08F-012/06

L12 ANSWER 193 OF 240 HCAPLUS COPYRIGHT 2001 ACS

AN 1976:425130 HCAPLUS

DN 85:25130

TI **Recovering** polyolefins from **solutions** by flash cooling  
with **concentration** and temperature **control** in  
municipal waste disposal

IN Kajimoto, Hikokusu; Shimada, Takafumi; Tokuda, Masahiro; Tamura, Tadaaki

PA Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., Japan

SO Japan. Kokai, 4 pp.

CODEN: JKXXAF

DT Patent

LA Japanese

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
	-----	---	-----	-----	-----
PI	JP 51018781	A2	19760214	JP 1974-89476	19740806
AB	Polyolefins are dissolved with a hydrocarbon <b>solvent</b> at >60.degree. to remove the polyolefins from a polymer mixt. The latent heat of <b>vaporization</b> of the <b>solvent</b> is utilized for depositing the polyolefins by cooling. In this <b>process</b> , the <b>solvent</b> pumped to a flash cooling vessel is <b>vaporized</b> instantaneously. The <b>concn.</b> of the polyolefins remaining in the <b>soln.</b> is maintained at >5%. The temp. of the polymeric <b>soln.</b> and the degree of <b>vacuum</b> in the flash-cooling vessel are <b>controlled</b> . The <b>process</b> is esp. useful for				

**recovering** polyethylene [9002-88-4] and polypropylene [9003-07-0]  
 from poly(vinyl chloride) [9002-86-2] in municipal refuse. Thus, a  
 mixt. (100 g) cellulose [9004-34-6] materials 16, polyolefins 51, polystyrene  
 [9003-53-6] 12, and poly(vinyl chloride) and others 21% was mixed with  
 water 3 l. and xylene 2 l. at 120.degree. for 30 min, screened at  
 120.degree. to remove insol. materials, **sepd.** into an aq. phase  
 contg. cellulose materials and a xylene phase contg. polymers. The  
 xylene phase (polyolefins 2.8% and polystyrene 0.7%) was subjected to flash  
**vaporization** at 45, 17, and 6 torr to yield **solns.**  
 contg. 3.9, 4.5, and 5.2% polyolefins, resp.

IC C08F; B01D  
 CC 60-1 (Sewage and Wastes)  
 Section cross-reference(s): 37  
 ST polyolefin **recovery** refuse; cellulose waste polyolefin  
**recovery**; polyvinyl chloride polyolefin **recovery**  
 IT Plastics  
 RL: PREP (Preparation); **USES (Uses)**  
 (polyolefin **recovery** from waste)  
 IT Waste solids  
 (polyolefins **recovery** from municipal reuse, extn. and  
**evapn.** in)  
 IT 9002-86-2P 9004-34-6P, **uses** and miscellaneous  
 RL: PREP (Preparation); **USES (Uses)**  
 (polyolefin **recovery** from waste)  
 IT 9003-07-0P 9003-53-6P  
 RL: PREP (Preparation)  
 (**recovery** of, from municipal refuse)  
 IT 9002-88-4P  
 RL: PREP (Preparation)  
 (**recovery** of, from municipal refuse, extn. and **evapn**  
 . in)



# 特 許 願

昭和49年 8月 6日

特許庁長官 斉藤英雄 殿

発明の名称 コウブンシザイリョウヨウエキ コウブンシザイ  
高分子材料溶液から高分子材  
料の分離方法

2. 発明者 アキダ アキヲウシタ  
住所 広島県安芸郡安芸町温品 1798-11  
氏名 カジ 梶 モト 彦 久 寿

3. 特許出願人 (ほか3名)  
住所 東京都千代田区丸の内二丁目5番1号 式  
名称 (620) 三菱重工業株式会社 代表者 谷 口 中

4. 代理人  
住所 東京都千代田区丸の内二丁目5番1号 特許庁  
氏名 弁理士(6124) 坂 間 暁 (ほか1名)

5. 復代理人  
住所 東京都港区芝西久保桜川町6番地5号  
氏名 弁理士(7179) 内 田 明 (ほか1名)  
49-089476

## 明 細 書

1. 発明の名称 高分子材料溶液から高分子材料  
の分離方法

### 2. 特許請求の範囲

ポリオレフィン系高分子材料を含む混合物を炭化水素系溶媒を用いて60℃以上で溶解処理した高分子材料溶液から、ポリオレフィン系高分子材料を分離するために、溶媒の蒸発潜熱を利用してポリオレフィン系高分子材料を冷却析出分離する方法において、フラッシュ冷却させる容器の中に送られた瞬間に溶媒を蒸発した直後の溶媒溶液中の析出及び溶解ポリオレフィン系高分子材料の濃度が少くとも5重量%以上になるように、高分子材料溶液の濃度とそれをフラッシュ冷却させる容器の減圧条件とを制御することを特徴とするポリオレフィン系高分子材料溶液からポリオレフィン系高分子材料を分離する方法。

### 3. 発明の詳細な説明

本発明はポリオレフィン系高分子材料を含有

① 日本国特許庁

## 公開特許公報

⑪特開昭 51-18781

⑬公開日 昭51.(1976) 2.14

⑫特願昭 49-89476

⑭出願日 昭49.(1974) 8. 6

審査請求 未請求 (全4頁)

庁内整理番号 6765 4A

6556 45

6778 45

7242 45

⑮日本分類

26(1) B11

26(2) B31

26(2) A51

13(2) B2

⑯ Int. Cl<sup>2</sup>

C08F 6/12

C08F 10/00

C08F 12/06

B01D 3/06

する溶液から、溶液の濃度および温度を調節してフラッシュ冷却を行なうことにより効率よくポリオレフィン系高分子材料を析出させる方法に関する。

近年都市ごみ、産業廃棄物は膨大な量に達し、その処理は非常に重要な問題となつてきている。従来の焼却法、熱分解法は2次公害の発生、資源的観点からみれば不利益等の欠点を有しているため各成分を分別回収する方向へ進んでおり、本発明者等も都市ごみ等から分別された紙類、プラスチック類を主体とする混合物を水および炭化水素溶媒で攪拌処理してパルプ類、ポリ塩化ビニル類、ポリオレフィン類、ポリステレン類に分離する方法を提案した。そして前記溶媒で処理し、溶媒相に移行した食成高分子材料類のうち、混合媒体処理温度で不溶のポリ塩化ビニル類を除いた高分子材料溶液からポリエチレン、ポリプロピレンをいわゆるフラッシュ冷却法を用いて析出分離する方法も先に提案した。上記冷却法では溶媒の蒸発潜熱を利用して急

激に冷却することにより肥大延伸化したポリオレフィン系プラスチックの結晶が得られるが、このフラッシュ冷却法を用いても必ずしも満足しうる結晶体を得られず、時としては非常に粘着性の強い微細結晶体となつてしまうことがあり、このような結晶体は自然冷却により得られた結晶体と全く異なることがなく、その後の高分子材料析出体と溶媒との分離に多大な労力を必要とするものである。

そこで本発明者等はこのフラッシュ冷却法を改良すべく研究を行なつた結果、減圧容器（通常フラッシュタンクと呼ばれる）に導入された直後の溶媒溶液中の析出及び溶解ポリオレフィン系高分子材料の濃度が少くとも5重量%以上、好ましくは10重量パーセント以上となるように、フラッシュ冷却前の溶媒溶液の濃度および温度を設定し、フラッシュを行なえば極めて粘着性の少ないポリオレフィン系高分子材料析出体が見出し本発明に至つたものである。すなわち本発明はポリオレフィン系高

分子材料を含む混合物を炭化水素系溶媒を用いて60℃以上で溶解処理した高分子材料溶液から、ポリオレフィン系高分子材料を分離するために、溶媒の蒸発潜熱を利用してポリオレフィン系高分子材料を冷却析出分離する方法において、フラッシュ冷却させる容器の中に送られた瞬間に溶媒を蒸発した直後の溶媒溶液中の析出及び溶解ポリオレフィン系高分子材料の濃度が少くとも5重量%以上になるように、高分子材料溶液の濃度とそれをフラッシュ冷却させる容器の減圧条件とを制御することを特徴とするポリオレフィン系高分子材料溶液からポリオレフィン系高分子材料を分離する方法に関するものである。

本発明を添付図面（本発明の実施態様を示すフローシートである。）を用いて更に詳しく説明する。都市系および産業系廃棄物より分別された紙類、プラスチック類を主成分とする混合原料をライン9から、ライン10からの炭化水素溶媒、ライン11からの水と共に溶解槽1に

投入する。溶解槽1はライン12からライン13を通る熱媒体で加熱昇温できると共に攪拌可能となつており、本方法では60℃以上、好ましくは90℃以上の温度で溶解処理が行なわれる。この処理により溶媒相には可溶性プラスチック（ポリオレフィン系、ポリステレン系）を溶解移行させ、水相には難溶した繊維状物質を移行させる。このような処理がなされた溶解処理物はライン14を経て未溶解物分離器2に導入し、スクリーン等の手段でポリ塩化ビニルを主体とするセロファン類、熱硬化性プラスチック類含有の未溶解物を除去する。

分離器2からライン16を経てとり出される母液は繊維状物質を含む水相とプラスチックを溶解している溶媒相との混相液であり、この液は液4分離器3において溶解温度と同じ条件で溶媒相と水相に分離する。この水相はライン17から繊維状物質分離器6に導入し、ライン19から繊維状物質を回収すると共にライン18から水を分離して適当な廃水処理を行なう。

一方溶媒相をライン20から加熱器4に送つて加熱した後、ライン21を経て通常フラッシュタンクと呼ばれる減圧容器5に導入する。減圧容器5は適当な形状のフラッシュノズルを備え、気相部を形成するようになされた容器であり、容器内の圧力は凝縮器8および真空系27により冷却温度（90℃以下、好ましくは60℃以下）に対応する溶媒の蒸気圧の圧力となるよう設定されている。加熱溶媒相がフラッシュノズルを介して減圧容器に導入されると、その中の溶媒は急激に蒸発し実質的に溶媒相の高分子材料濃度が増加し、それと共に溶媒の蒸発潜熱により冷却され、溶媒相中のポリオレフィン系高分子材料は析出する。これらは瞬間的に起る現象であるが、加熱溶媒相の温度および高分子材料の溶媒溶液濃度と減圧容器5の圧力が既知であれば溶媒蒸発後の冷却された溶媒相の高分子材料濃度（析出及び溶解高分子材料の濃度）17は熱収支および物質収支の計算により知ることができる。本発明の要点はここにあり、加熱器

4で加熱される加熱溶媒相の温度と、減圧容器5の圧力を制御して、減圧容器内で瞬間的に溶媒が蒸発した後のポリオレフィン系高分子材料濃度を少なくとも5重量%以上、好ましくは10重量%以上となすようにするものである。

減圧容器5で蒸発された溶媒はライン25から凝縮器8に供給し、冷却凝縮した後、凝縮溶媒はライン26から減圧容器5に再び返される。ポリオレフィン系高分子材料の析出体を有する析出体溶媒スラリーはライン22を経てプラスチック分離工程7に導入し、析出高分子であるポリオレフィン系高分子材料と溶媒に溶解したままのポリステレン系高分子に分離したのち各々溶媒を除去し、回収プラスチックとしてライン24から分離すると共に、除去溶媒はライン23から回収する。

本発明においてポリオレフィン系高分子材料含有の混合物を溶解するための炭化水素溶媒としては種々なものが使用しうるが、特に0, 2, 4-キシレンが好ましい。

熱用のジャケット及び内部に液々分離用の仕切り板を有するものである。

ここで繊維状物質を含む水相と、高分子物質を溶解している溶媒相とに120℃の温度を得たまま分離した。分離後の溶媒相の一部を取り、分析すると、ポリオレフィン系高分子材料28%、ポリステレン系高分子27%であつた。

この溶媒相の一部を各々次の圧力条件に保持されたガラス製容器に導入しフラッシュ蒸発させた。

(a) 45 mm Hg (b) 17 mm Hg (c) 6 mm Hg

これら3条件に於けるフラッシュ後の溶媒相中のポリオレフィン系高分子材料の濃度は各々59%、45%、52%と熱収支計算される。

上記3条件でのフラッシュ冷却をさせた後容器内に残存した溶媒相中の析出体の性状は(a)、(b)は粘着性の強い微細な析出物であり、(c)は殆んど粘着性のない比較的大きな析出物であつた。

#### 実施例 2

実施例1と同様の液々分離された溶媒相を

次に本発明を実施した例を挙げる。

#### 実施例 1

都市ごみより分別した紙類、プラスチック類を主体とする混合物を50mm以下に破碎し、十分に乾燥した試料を先ず、水を媒体としてその中の紙類を離解させて繊維状物質となし、その後15mmの網目間隔を有するスクリーンで未離解のプラスチック類を回収した。この物質を乾燥後分析すると繊維状物質16%、ポリオレフィン系高分子(ポリエチレン及びポリプロピレン)51%、ポリステレン系高分子12%、ポリ塩化ビニルその他21%の組成を有していた。この試料100gを水3L、キシレン2Lと共に内容積6Lの撹拌槽に投入し、120℃で30分間撹拌溶解処理を行なつた。その溶解処理液を120℃の温度を保持したまま内部に15mmの網目間隔を有するスクリーンを具備した未溶解物質分離器に通し、未溶解物質を除去した後、内容積8Lの液々分離器に投入した。この液々分離器は横型円筒状のものであり、加

140℃まで昇温し1)と同様に3条件のフラッシュを行なつた。

(a) 45 mm Hg (b) 17 mm Hg (c) 6 mm Hg

この場合、フラッシュ直後の溶媒相中のポリオレフィン系高分子材料の濃度は各々46%、54%、56%と計算される。得られた溶媒相中の析出体の性状は(a)では粘着性を有する微細な析出物であり、(b)、(c)では殆んど粘着性のない比較的大きな析出物が得られた。このようにして得られた析出体、溶媒の混合物を遠心分離及び真空乾燥の手段を用いて処理し、溶媒を除去した後、回収ポリオレフィン系プラスチックを秤量すると49gであり、初期の約96%が回収された。

#### 4. 図面の簡単な説明

添付図面は、本発明の実施態様を示すフローシート図である。

代理人 内 田 明

代理人 萩 原 亮 一

4 添附書類の目録

(1) 明 細 書	1 通
(2) 図 面	1 通
(3) 委 任 状	2 通

7 前記以外の発明者、代理人および復代理人

(1) 発明者

住所 広島県広島市<sup>カンオンシンマチ</sup>観音新町 1丁目30番9-101号  
 氏名 <sup>シメ</sup>嶋 <sup>カカ</sup>田 <sup>フミ</sup>隆 文  
 住所 広島県広島市<sup>カンオンシンマチ</sup>観音新町 3丁目5番14-101号  
 氏名 <sup>トシ</sup>徳 <sup>マサ</sup>田 <sup>ヒロ</sup>雅 寛  
 住所 広島県広島市<sup>カンオンシンマチ</sup>観音新町 1丁目8番15号  
 氏名 <sup>ムラ</sup>田 <sup>タツ</sup>村 <sup>アサ</sup>忠 昭

(2) 代理人

住所 東京都千代田区丸の内二丁目5番1号  
 三菱重工業株式会社内(電話212-3111)  
 氏名 弁理士(6690) 田 島 一 郎

(3) 復代理人

住所 東京都港区芝西久保桜川町6番地5号  
 第二岡田ビル  
 氏名 弁理士(7284) 萩 原 亮 一

